**Группа И29**

## М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

**ПЕРИКЛАЗ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИЙ**

**Методы определения окиси кальция**

Electrotechnical periclase. Methods for the determination of calcium oxide

**ГОСТ**

**24523**.**4-80**

МКС 81.080

**Дата введения 01.07.83**

Настоящий стандарт распространяется на электротехнический периклаз и устанавливает ком- плексонометрический и атомно-абсорбционный методы определения массовых долей окиси кальция в диапазоне от 0,2 до 3,0 %.

## (Измененная редакция, Изм. № 1).

1. **ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 24523.0.

## (Измененная редакция, Изм. № 1).

1. **КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

2.1а. Сущность метода заключается в образовании комплекса кальция с трилоном Б и титро­ вании избытка трилона Б раствором хлористого кальция при pH 12,5—12,8 в присутствии смеси индикаторов — флуорексона и тимолфталексона или кислотного хрома сине-черного. Алюминий и железо предварительно маскируют триэтаноламином.

## (Введен дополнительно, Изм. № 1).

2.1. Для проведения анализа используют:

ступки и пестики фарфоровые № 5 или 7 по ГОСТ 9147;

шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру нагрева 105—110 °С; плитку электрическую с закрытой спиралью;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева 1000 °С; кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:3 и 1:20;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

триэтаноламин (2,2', 2"-нитрилотриэтанол) по нормативно-технической документации, раз­ бавленный 1:3. Неочищенный триэтаноламин, имеющий бурую окраску, очищают следующим образом: 100 см3 триэтаноламина помещают в стакан вместимостью 500 см3, охлаждают стакан в холодной воде и добавляют при помешивании 150 см3 смеси концентрированной соляной кислоты с этиловым спиртом в соотношении 1:1. Выделившиеся кристаллы солянокислого триэтаноламина отфильтровывают на фильтр средней плотности, промывают 2—3 раза спиртом и высушивают на воздухе. Применяют 25 %-ный раствор солянокислого триэтаноламина;

соль динатриевую этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водную (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор молярной концентрации эквивалента 0,05 моль/дм3; готовят следующим образом: 9,31 г трилона Б растворяют в 200 см3 воды, разбавляют водой до объема 1000 см3 и перемешивают;

гидроокись натрия по ГОСТ 4328, 20%-ный раствор; калий хлористый по ГОСТ 4234;

флуорексон по нормативно-технической документации;

**Издание официальное**

★

# 180

**Перепечатка воспрещена**

**ГОСТ 24523.4-80 С. 2**

тимолфталексон по нормативно-технической документации;

смесь индикаторную; готовят следующим образом: 0,1 г флуорексона, 0,1 г тимолфталексона и 10 г хлористого калия перемешивают в фарфоровой ступке;

хром сине-черный кислотный по нормативно-технической документации;

смесь индикаторную; готовят следующим образом: 0,1 г кислотного хрома сине-черного и 30 г хлористого калия перемешивают в фарфоровой ступке;

кальций углекислый по ГОСТ 4530;

раствор хлористого кальция стандартный, молярной концентрации эквивалента 0,05 моль/дм3; готовят следующим образом: 2,502 г углекислого кальция, предварительно высушенного при 105—

110 °С до постоянной массы, растворяют при нагревании в 150 см3 соляной кислоты, разбавленной 1:20, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см3, доливают водой до метки и перемешивают. Концентрация раствора, вычисленного по окиси кальция, 0,001402 г/см3;

магния окись по ГОСТ 4526, 2%-ный раствор; готовят следующим образом: 2 г окиси магния, предварительно прокаленной при 800—1000 °С в течение часа, растворяют при нагревании в 50 см3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, охлаждают, доливают водой до 100 см3 и перемешивают.

1. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА
   1. От анализируемого раствора, полученного по разд. 3 ГОСТ 24523.1, отбирают аликвотную часть объемом 100 см3.
   2. Допускается готовить анализируемый раствор без сплавления навески. Для этого навеску массой 0,5 г помещают в стакан вместимостью 250 см3, приливают 30 см3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, и нагревают в течение 6—15 мин при периодическом перемешивании до раство­ рения навески. Допускается присутствие нерастворимого остатка. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доливают водой до метки и перемешивают.
   3. От анализируемого раствора, полученного по п. 3.2, отбирают аликвотную часть объемом 100 см3.
   4. Аликвотную часть анализируемого раствора переносят в коническую колбу вместимостью

250 см3, приливают 5 см3 триэтаноламина, перемешивают, добавляют 10 см3 раствора трилона Б и при постоянном перемешивании по каплям вводят раствор гидроокиси натрия до появления не растворяющегося при взбалтывании белого аморфного осадка. Прибавляют еще 10 см3 раствора гидроокиси натрия, вводят 0,020—0,025 г индикаторной смеси флуорексона и тимолфталексона и титруют стандартным раствором хлористого кальция до изменения окраски из розовой в зеленова­ то-серую.

* 1. Допускается в качестве индикатора применять также кислотный хром сине-черный. Для этого в раствор, подготовленный по п. 3.4, вводят 0,05—0,10 г индикаторной смеси кислотного хрома сине-черного и титруют стандартным раствором хлористого кальция до перехода синей окраски в розовую. По истечении 2—3 мин может наблюдаться возвращение синей окраски.
  2. В аликвотную часть раствора контрольного опыта вводят 10 см3 раствора окиси магния. Далее контрольный опыт проводят по пп. 3.4 или 3.5.

1. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю окиси кальция (Х4) в процентах вычисляют по формуле

(К, — *V 2 )* -0,001402 • *V ■* 100

Х4 = . *т ■ V-,*

где К| — объем раствора хлористого кальция, израсходованный на титрование трилона Б в растворе контрольного опыта, см3;

Г) — объем раствора хлористого кальция, израсходованный на титрование избытка трилона Б в анализируемом растворе, см3;

0,001402 — концентрация раствора хлористого кальция, вычисленная по окиси кальция, г/см3;

*V—* общий объем анализируемого раствора, см3;

*т —* масса навески, г;

*V3 —* объем аликвотной части анализируемого раствора, см3.

## (Измененная редакция, Изм. № 1).

181

**С. 3 ГОСТ 24523.4-80**

4.2. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси кальция приведены в табл. 1.

Таблица 1

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Массовая доля окиси кальция, % | Д, % | Допускаемое расхождение, % | | |
| *d 2* | 4 | 5 |
| От 0,2 до 0,5 включ. | 0,07 | 0,07 | 0,08 | 0,04 |
| Св. 0,5 » 1,0 » | 0,09 | 0,10 | 0,12 | 0,06 |
| » 1,0 »2,0 » | 0,13 | 0,14 | 0,17 | 0,09 |
| » 2,0 » 3,0 » | 0,16 | 0,17 | 0,20 | 0,11 |

## (Измененная редакция, Изм. № 2).

1. **АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД**
   1. Сущность метода заключается в измерении поглощения излучения с длиной волны 422,7 нм атомами кальция в пламени ацетилен-закись азота. В качестве спектрохимического буфера используют растворы хлористых солей стронция или лантана.

## Аппаратура, реактивы и растворы

Для проведения анализа используют:

атомно-абсорбционный спектрофотометр с источником излучения для кальция; баллон с ацетиленом;

баллон с закисью азота;

кальций углекислый по ГОСТ 4530;

кислоту соляную по ГОСТ 3118 и разбавленную 1:3;

стронций хлористый, 6-водный по ГОСТ 4140, раствор 86 г/дм3; лантана окись по нормативно-технической документации;

раствор хлористого лантана; готовят следующим образом: 29,3 г окиси лантана помещают в стакан из термостойкого стекла, смачивают небольшим количеством воды, растворяют в 50 см3 концентрированной соляной кислоты и доводят водой до объема 250 см3;

растворы окиси кальция стандартные;

раствор А: 0,8925 г углекислого кальция, высушенного при температуре 105—110 °С до посто­ янной массы, растворяют в 40 см3 соляной кислоты, разбавленной 1:3, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см3 раствора содержит 0,001 г окиси кальция;

раствор Б: 10 см3 стандартного раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 200 см3, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см3 раствора содержит 0,00005 г окиси кальция.

## Проведение анализа

* + 1. Для определения окиси кальция используют раствор, полученный по п. 3.1 ГОСТ 24523.1 или по п. 3.2 ГОСТ 24523.5.

Таблица 2

|  |  |
| --- | --- |
| Предполагаемая массовая | Объем аликвотной части |
| доля окиси кальция, % | раствора, см3 |
| От 0,2 до 1,0 | 20 |
| Св. 0,8 до 3,0 | 5 |

* + 1. Аликвотную часть анализируемого раствора, в зависимости от массовой доли окиси кальция (табл. 2), переносят в мерную колбу вмес­ тимостью 50 см3, добавляют 2 см3 раствора хло­ ристого стронция или 2,5 см3 раствора хлористого лантана, доводят водой до метки и перемешивают.
    2. Атомное поглощение анализируемого раствора измеряют в верхней части пламени закись азота—ацетилен при длине волны 422,7 нм.

По величине атомного поглощения анализируемого раствора устанавливают массу окиси кальция по градуировочному графику.

## Построение градуировочного графика

* + 1. Приготовление стандартных градуировочных растворов

В мерные колбы вместимостью 50 см3 отбирают микробюреткой 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0;

7,0; 8,0; 9,0 см3 раствора Б, что соответствует: 0; 0,00005; 0,00010; 0,00015; 0,00020; 0,00025; 0,00030;

0,00035; 0,00040; 0,00045 г окиси кальция.

# 182

**ГОСТ 24523.4-80 С. 4**

В каждую колбу приливают 2 см3 раствора хлористого стронция или 2,5 см3 раствора хлорис­ того лантана, доливают водой до метки и перемешивают.

5.4.2. Атомное поглощение стандартных градуировочных растворов дважды измеряют в верх­ ней части пламени закись азота—ацетилен при длине волны 422,7 нм.

По полученным средним значениям атомного поглощения растворов с учетом атомного поглощения контрольного опыта и известным массам окиси кальция строят градуировочный график.

## Обработка результатов

* + 1. Массовую долю окиси кальция (Х5) в процентах вычисляют по формуле

*т, ■ V ■* 100

\*

*V —*

где Ш| — масса окиси кальция, найденная по градуировочному графику, г;

*V—* общий объем анализируемого раствора, см3;

*т —* масса навески, г;

*V\ —* объем аликвотной части анализируемого раствора, см3.

## 5.1—5.5.1. (Введены дополнительно, Изм. № 1).

* + 1. Нормы контроля точности определения массовой доли окиси кальция приведены в табл. 1.

## (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

183

**С. 5 ГОСТ 24523.4-80**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР РАЗРАБОТЧИКИ**

**В.С. Турчанинов;** канд. техн. наук **А.И. Узберг; Г.Г. Лопачак; А.С. Бородачев; Н.А. Бобылева;**

канд. техн. наук **И.М. Лоскутова**

## УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.12.80 № 6284

**Изменение № 2 принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 25.04.97)**

**Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 2507 За принятие изменения проголосовали:**

Наименование государства

Азербайджанская Республика Республика Армения Республика Беларусь Республика Казахстан Киргизская Республика Республика Молдова Российская Федерация Республика Таджикистан Туркменистан

Республика Узбекистан Украина

Наименование национального органа по стандартизации

Азгосстандарт Армгосстандарт Госстандарт Беларуси

Госстандарт Республики Казахстан Киргизстандарт

Молдовастандарт Госстандарт России Таджикгосстандарт

Главная государственная инспекция Туркменистана Узгосстандарт

Госстандарт Украины

1. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**
2. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

|  |  |
| --- | --- |
| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
| ГОСТ 3118-77 | 2.1, 5.2 |
| ГОСТ 4140-74 | 5.2 |
| ГОСТ 4234-77 | 2.1 |
| ГОСТ 4328-77 | 2.1 |
| ГОСТ 4526-75 | 2.1 |
| ГОСТ 4530-76 | 2.1, 5.2 |
| ГОСТ 9147-80 | 2.1 |
| ГОСТ 10652-73 | 2.1 |
| ГОСТ 18300-87 | 2.1 |
| ГОСТ 24523.0-80 | 1.1 |
| ГОСТ 24523.1-80 | 3.1, 5.3.1 |
| ГОСТ 24523.5-80 | 5.3.1 |

1. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандар­ тизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**
2. **ИЗДАНИЕ с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1988 г., сентябре 1997 г. (ИУС 1—88, 12-97)**

184